



Validasi metode pengujian logam Fe dalam Air dengan teknik pre-konsentrasi menggunakan resin Dowex 50wx2-200 secara SSA-nyala

YUNIAR*, SITI NURAINI, DAN HANIDA YANTI

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya, Sumatera Selatan 30862, Indonesia.

<p>Kata kunci: besi, Dowex 50WX2-200 resin, SSA-Nyala</p>	<p>ABSTRAK: Validasi metode pengujian logam Fe dengan teknik ekstraksi fase padat dilakukan dengan mengabsorbiskan logam pada resin pada volume sampel tertentu di dalam kolom. Dengan mengalirkan larutan asam nitrat pada kolom pada volume kecil, maka logam yang terserap pada resin akan ikut terbawa oleh larutan asam. Larutan tersebut kemudian diukur menggunakan SSA-nyala.</p> <p>Penelitian ini menggunakan larutan model Fe sebanyak 50 mL dengan konsentrasi Fe dalam larutan sebesar 0,1 mg/L. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum tercapai pada laju alir 2 mL/menit, berat resin 0,5 g dan pH larutan 2-3. Pelepasan kembali logam Fe dengan 10 mL HNO₃ 1N. Pemekatan sampel sebanyak 5 kali lipat.</p> <p>Validasi metode dilakukan dengan mengukur akurasi dan presisi metode menggunakan <i>Certified Reference Material, CRM (PotableWatRcat.697, ERA a Waters Company)</i>. Diperoleh akurasi metode dengan nilai rekoverti 83% dan presisi dengan nilai RSD 0,18%. Nilai tersebut masih memenuhi standar keberterimaan akurasi yaitu masih dalam kisaran 70-125%. Begitu juga dengan presisi metode masih memenuhi persyaratan presisi CV Horwitz yaitu %RSD masih di bawah 7.4.</p>
<p>Keywords: Iron, Dowex 50WX2-200 resin, SSA-Flame</p>	<p>ABSTRACT: Method of Validation Determination of Fe metal with solid phase extraction techniques using DOWEX 50WX2-200 resin in columns has been carried out. The principle of this technique is to absorb metal in resin in a certain sample volume, then the absorbed metal is released again using a nitric acid solution in a smaller volume so that there is an increase in metal concentration when measured using SSA-flame.</p> <p>This study used a 50 mL Fe model solution with a Fe concentration in the solution of 0.1 mg/L. The research results showed that optimum conditions were achieved at a flow rate of 2 mL/minutes, resin weight of 0.5 g and environmental pH of 2-3. Re-release of Fe metal with 10 mL of 1N HNO₃. Concentrate the sample 5 times.</p> <p>Method validation was carried out by measuring the accuracy and precision of the method using <i>Certified Reference Material, CRM (PotableWatRcat.697, ERA a Waters Company)</i>. The accuracy of the method was obtained with a recovery value of 83% and precision with an RSD value of 0.18%. This value still meets the accuracy acceptance standards, which is still in the range of 70-125%. Likewise, the method precision still meets the CV Horwitz precision requirements, namely %RSD is still below 7.4.</p>

1 PENDAHULUAN

Air tanah anaerobik mungkin mengandung besi besi dengan konsentrasi hingga beberapa mili gram per liter tanpa perubahan warna atau kekeruhan dalam air ketika dipompa secara langsung dari sumur. Namun jika terkena atmosfer, besi akan teroksidasi menjadi besi besi, memberikan warna coklat kemerahan pada air.

Zat besi juga mendorong pertumbuhan “bakteri besi”, yang memperoleh energi darinya oksidasi besi (II) menjadi besi (III) dan dalam prosesnya mendapatkan lapisan berlendir pada perpipaan. Pada kadar di atas 0,3 mg/l, besi akan menodai cucian dan perlengkapan pipa.

Pada konsentrasi zat besi di bawah 0,3 mg/l biasanya tidak ada rasa yang terasa, tidak terjadi kekeruhan dan tidak ada timbulnya warna.

* **Corresponding Author:** email: yuniarhasani@gmail.com

Besi ditemukan cukup berlimpah di kerak bumi. Biasanya ditemukan dalam bentuk segar di perairan alami pada kisaran kadar antara 0,5 hingga 50 mg/l. Zat besi juga mungkin ada dalam air minum akibat penggunaan koagulan besi atau korosi pada pipa baja dan besi tuang selama distribusi air.

Zat besi merupakan elemen penting dalam nutrisi manusia, khususnya dalam keadaan oksidasi besi(II). Perkiraan kebutuhan minimum harian zat besi tergantung pada usia, jenis kelamin, status fisiologis dan bioavailabilitas zat besi dan berkisar antara 10 hingga 50 mg/hari.

Untuk mencegah kelebihan zat besi dalam tubuh, *The Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA)* pada tahun 1983, menetapkan konsumsi maksimum zat besi yang masih dapat ditoleransi sebesar 0,8 mg/kg berat badan, yang berlaku untuk zat besi dari semua sumber. Batas ini dikecualikan untuk oksida besi yang digunakan sebagai zat pewarna dan suplemen zat besi yang dikonsumsi selama kehamilan dan menyusui atau untuk kebutuhan klinis tertentu. Sedangkan untuk air minum konsentrasi sekitar 2 mg/L, masih tidak menimbulkan bahaya bagi kesehatan [1].

Pengembangan teknik preparasi pengujian logam dengan cara mengabsorbirkan logam terlebih dahulu ke dalam suatu pengabsorbir seperti resin merupakan teknik yang banyak diminati karena lebih sederhana dan resin bisa digunakan berulang-ulang. Adsorpsi logam ke dalam suatu adsorben biasanya dilakukan menggunakan kolom, seperti yang telah dilakukan oleh S. Ozdemir menggunakan E. profundum-Amberlite XAD-4 [2], Tunceli, dkk. Menggunakan resin Amberlyst 15 [3], Massadeh, dkk. menggunakan resin Chelex-10 [4], Dos Santos, dkk. menggunakan *vortex-multiwalled carbon nanotubes* (MWCNT) [5], Rajabi, dkk. dan A. Islam, dkk. menggunakan magnetic dispersive SPE [6], [7].

Berdasarkan uraian di atas diketahui bahwa teknik preparasi pengujian logam konsentrasi rendah dengan cara diadsorbirkan ke adsorben memberikan hasil yang cukup baik.

Pada penelitian ini telah dilakukan validasi metode pengujian logam Fe dalam air dengan SSAnya dengan teknik preparasi menggunakan Resin Dowex WX2-200 sebagai adsorben, setelah itu logam Fe yang teradsorpsi pada resin dilakukan pelarutan dengan mengalirkan asam nitrat pada resin tersebut.

2 DATA DAN METODE

Penelitian dilakukan pada bulan April - Agustus 2023 di Laboratorium Kimia Analisa dan Instrumentasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya. Alat, bahan dan prosedur penelitian yang digunakan mengacu kepada penelitian sebelumnya [8],[9]. Data hasil pengamatan dihitung menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Konsentrasi logam} \left(\frac{mg}{L} \right) = C_{\text{terbaca di alat}} \times Fp \quad (1)$$

$$\text{Akurasi } (\%R) = \frac{\text{Nilai terukur}}{\text{Nilai target}} 100\% \quad (2)$$

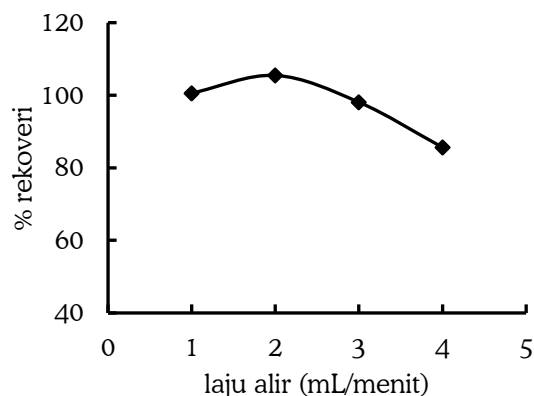
$$\text{Presisi } (\%RSD) = \frac{sd}{\bar{x}} 100 \quad (3)$$

Evaluasi hasil validasi dilakukan dengan menghitung koefisien korelasi (r) kurva kalibrasi, kadar Fe dibandingkan dengan kadar Fe pada sertifikat CRM, dan nilai (%RSD) dibandingkan dengan CV Horwitz.

3 HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh Laju Alir

Pengamatan dilakukan dengan empat variasi laju alir yaitu 1, 2, 3, dan 4 ml per menit dengan 3 kali ulangan. Persen rekoveri yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 1 berikut ini.

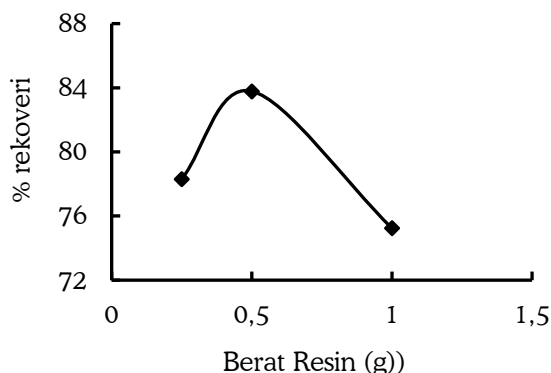


Gambar 1 Pengaruh laju alir terhadap ekstraksi logam-Fe(III)

Laju alir optimum diperoleh pada kecepatan alir 2 mL per menit. Untuk kecepatan alir di atas 2 mL per menit adsorpsi tidak berlangsung secara optimal. Ketika interaksi antara ion-ion Fe berlangsung cepat dengan resin menyebabkan resin belum bisa mengikat ion Fe secara kuat. Sedangkan pada kecepatan alir kurang dari 2 mL per menit ikatan antara resin dengan ion Fe digantikan oleh ion H⁺ yang ada di dalam larutan.

Pengaruh Berat Resin

Pada pengamatan pengaruh berat resin diperoleh adsorpsi logam paling tinggi pada berat resin 0,5 g (Gambar 2). Adsorpsi tidak bisa optimal pada berat kurang dari 0,5 g karena resin yang belum padat di dalam kolom sehingga jarak antar partikel cukup jauh atau adanya rongga yang bisa dilewati oleh ion-ion logam Fe.

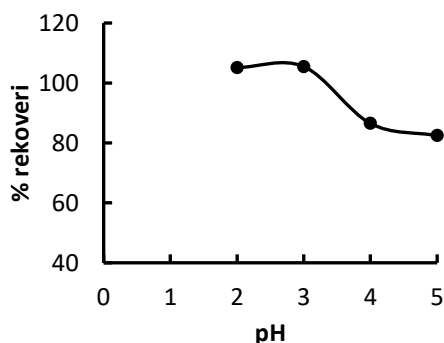


Gambar 2. Pengaruh berat resin terhadap ekstraksi logam Fe(III)

Pada berat resin di atas 0,5 g, resin sudah cukup padat di dalam kolom sehingga terjadi gumpalan menyebabkan diameter resin menjadi lebih besar dan luas permukaan resin menjadi kecil sehingga adsorpsi tidak optimal.

Pengaruh pH

Pengkondisian pH larutan agar terjadi adsorpsi logam Fe secara optimum berada pada pH 2-3. Pada kondisi pH yang lebih tinggi. Akan terbentuk ion OH⁻ yang akan mengikat ion-ion Fe sehingga mengurangi interaksi ion Fe dengan resin, Gambar 3.



Gambar 3 Pengaruh pH terhadap ekstraksi logam Fe(III)

Pengaruh pre-konsentrasi terhadap Absorbansi

Untuk melihat keberhasilan proses pre-konsentrasi logam Fe dilakukan pengukuran nilai absorbansi larutan Fe sebelum dan sesudah pre-konsentrasi (Gambar 4).



Gambar 4 Absorbansi logam sebelum dan sesudah pre-konsentrasi

Berdasarkan hasil pengukuran pada gambar 4, diketahui teknik pre-konsentrasi logam Fe menggunakan resin Dowex 50WX2-200 memberikan hasil yang cukup signifikan, sehingga bisa menjadi usulan metode baru untuk pengujian logam Fe dalam konsentrasi sangat kecil.

Validasi Metode

Untuk melihat validitas metode dilakukan uji akurasi dan presisi menggunakan larutan *Certified Reference Material PotableWatR (cat.697), ERA a Waters* dengan konsentrasi Fe dalam larutan 0,964 mg/L. Hasil disajikan pada Tabel 1 dan 2.

Tabel 1. Data CRM tanpa pre-konsentrasi

No	Kadar Fe (mg/L)		%R
	Pembacaan	Perhitungan	
1	0.964	0.5304	55
2	0.964	0.3786	39
3	0.964	0.6313	65
Rata-rata (x)		0.51343	53
sd		0.12723	

Tabel 2. Data CRM dengan pre-konsentrasi

No	Kadar Fe (mg/L)		%R
	Pembacaan	Perhitungan	
1	0.964	0.8051	84
2	0.964	0.8022	83
3	0.964	0.8036	83
Rata-rata (x)		0.80362	83
sd		0.0014	

Jika dilihat dari tabel 1 dan 2, pengukuran CRM secara langsung tanpa pre-konsentrasi terlebih dahulu memberikan hasil yang tidak memenuhi persyara-

tan akurasi yaitu %R. Pesyaratan akurasi (%R) harus berada pada kisaran 70%-125% [10], sedangkan hasil pengukuran dengan perlakuan CRM dengan pre-konsentrasi diperoleh hasil yang masuk ke dalam batar keberterimaan akurasi (%R0 yaitu 83%.

4 KESIMPULAN

Pengujian logam Fe dalam konsentrasi sangat kecil dapat dikembangkan dengan menambahkan teknik preparasi dengan pre-konsentrasi terlebih dahulu menggunakan resin Dowex 50WX2-200 agar diperoleh peningkatan nilai absorbansi. Peningkatan absorbansi logam Fe ini akan meningkatkan akurasi dan presisi metode pengujian. Pengkondisian proses pre-konsentrasi secara kolom yang optimal pada laju alir 2 mL per menit, berat resin 0,5 g, pH 3, konsentrasi eluen asam nitrat 1 mol/L sebanyak 10 mL dan volume sampel 50 mL. Faktor pengayaan 5 kali. Penelitian lebih lanjut terhadap parameter yang mempengaruhi akurasi dan presisi metode ini perlu dilakukan agar metode ini bisa menjadi calon metode baru untuk pengujian logam Fe pada konsentrasi yang sangat kecil.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapkan terimakasih peneliti sampaikan kepada LPPM Universitas Sriwijaya yang telah mendanai penelitian ini yang berasal dari Anggaran DIPA Badan Layanan Umum Universitas Sriwijaya Tahun Anggaran 2023. Nomor SP DIPA No.: 0095.02/UN9/SB3.LP2M.PT/2023, Tanggal 8 mei 2023, Sesuai dengan SK Rektor Nomor: 0190/UN9.3.1/SK/2023 Tanggal 18 April 2023.

REFERENSI

- [1] WHO, *Guidelines for drinking-water quality*, 4th ed. World Health Organization, 2017. doi: 10.5005/jp/books/11431_8.
- [2] S. Ozdemir, E. Kılınç, Ö. Acer, and M. Soylak, "Simultaneous preconcentrations of Cu(II), Ni(II), and Pb(II) by SPE using E. profundum loaded onto Amberlite XAD-4," *Microchem. J.*, vol. 171, no. August, 2021, doi: 10.1016/j.microc.2021.106758.
- [3] A. Tunçeli, A. Ulaş, O. Acar, and A. R. Türker, "Solid Phase Extraction of Cadmium and Lead from Water by Amberlyst 15 and Determination by Flame Atomic Absorption Spectrometry," *Bull. Environ. Contam. Toxicol.*, vol. 102, no. 2, pp. 297–302, Feb. 2019, doi: 10.1007/s00128-018-2498-y.
- [4] A. M. Massadeh, A. W. O. El-Rjoob, and S. A. Gharaibeh, "Analysis of Selected Heavy Metals in Tap Water by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry After Pre-Concentration Using Chelex-100 Ion Exchange Resin," *Water. Air. Soil Pollut.*, vol. 231, no. 5, 2020, doi: 10.1007/s11270-020-04555-5.
- [5] P. dos Santos Morales, P. Mantovani dos Santos, A. Evaristo de Carvalho, and M. Zanetti Corazza, "Vortex-assisted magnetic solid-phase extraction of cadmium in food, medicinal herb, and water samples using silica-coated thiol-functionalized magnetic multiwalled carbon nanotubes as adsorbent," *Food Chem.*, vol. 368, no. August 2021, p. 130823, 2022, doi: 10.1016/j.foodchem.2021.130823.
- [6] A. Islam, N. Zaidi, H. Ahmad, and S. Kumar, "Functionalized carbon nanotubes for dispersive solid-phase extraction and atomic absorption spectroscopic determination of toxic metals ions," *Int. J. Environ. Sci. Technol.*, vol. 16, no. 2, pp. 707–718, Feb. 2019, doi: 10.1007/s13762-018-1700-4.
- [7] M. Rajabi, M. Abolhosseini, A. Hosseini-Bandegharai, M. Hemmati, and N. Ghassab, "Magnetic dispersive micro-solid phase extraction merged with micro-sampling flame atomic absorption spectrometry using (Zn-Al LDH)-(PTh/DBSNa)-Fe₃O₄ nanosorbent for effective trace determination of nickel(II) and cadmium(II) in food samples," *Microchem. J.*, vol. 159, no. August, p. 105450, 2020, doi: 10.1016/j.microc.2020.105450.
- [8] Y. Yuniar, L. Suwartini, and H. Yanti, "Ekstraksi Logam Cd, Pb dan Fe Dalam Air Menggunakan Resin Dowex 50wx2-200 secara bersamaan Untuk Meningkatkan Nilai Absorbansi Pada Pengujian Secara SSA-Nyala: Pengaruh pH, Laju Alir dan Berat Resin," *J. Penelit. Sains*, vol. 25, no. 1, p. 61, 2023, doi: 10.56064/jps.v25i1.724.
- [9] Shimadzu Corporation, *Flame Type Atomic Absorption SPECTROPHOTOMETERS*, no. L. Japan, 2014.
- [10] S. V. Work, "AOAC Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals," pp. 1–38, 2002.